

(54) COATING COSMETIC AND METHOD FOR FORMING MULTILAYER MAKEUP FILM

(11) 4-1117 (A) (43) 6.1.1992 (19) JP
 (21) Appl. No. 2-102350 (22) 18.4.1990
 (71) POLA CHEM IND INC (72) KAZUHIRO NISHIKATA(2)
 (51) Int. Cl.⁵. A61K7/00, A61K7/02

PURPOSE: To obtain a coating cosmetic, containing a three-dimensional network silicone resin and tributyl β -acetoxycarballylate and having excellent makeup durability.

CONSTITUTION: The objective substance is obtained by blending 1-60wt.% three-dimensional network silicone resin with 0.001-5wt.% tributyl β -acetoxycarballylate and normal cosmetic ingredients and further preferably 5-70wt.% aluminum powder having 1-70 μ average particle diameter. Thereby, the aforementioned coating cosmetic having high hiding power can be produced. A makeup film containing the aforementioned three ingredients is formed into a base and a foundation is applied thereon to form a multilayer makeup film. As a result, parts of different skin colors can be sufficiently covered. The cosmetic can be prepared in the form of a liquid, a powder, an emulsion, an oil, etc., and normally used by applying on to the face, etc., with fingers, puffs, spatula rolls, etc.

(54) COSMETIC

(11) 4-1118 (A) (43) 6.1.1992 (19) JP
 (21) Appl. No. 2-3146 (22) 10.1.1990
 (71) MATSUMOTO YUSHI SEIYAKU CO LTD(1)
 (72) TOSHIHIRO TANAKA(2)
 (51) Int. Cl.⁵. A61K7/00, A61K7/02

PURPOSE: To provide a cosmetic excellent in skin-humectant and treatment nature, feeling refreshed when used, containing pressure-crushable flexible resin microcapsules including water and/or humectant component.

CONSTITUTION: Firstly, 10-95wt.% of water and/or a humectant component (e.g. polyethylene glycol) is emulsified in a medium immiscible therewith. The resulting emulsion is then incorporated with 0.5-10wt.% of inorganic fine powder (e.g. organic-modified bentonite) insoluble to both the water and/or the above component included and the medium followed by polymerization in the emulsion into pressure-crushable flexible resin microcapsules. Thence, these microcapsules are formulated with conventional cosmetic component(s), thus obtaining the objective cosmetic. The present cosmetic can be formulated with a great quantity of the above component, etc., in a stable manner, being good in affinity for oily component(s) and capable of suppressing sweating, and having adequate airtightness.

(54) BODY POWDER COMPOSITION

(11) 4-1119 (A) (43) 6.1.1992 (19) JP
 (21) Appl. No. 2-89723 (22) 3.4.1990
 (71) KANEBO LTD (72) TORU KATO
 (51) Int. Cl.⁵. A61K7/035, A61K7/00

PURPOSE: To provide the title composition excellent in slipperiness when applied and the dry feeling and uniformity of the resulting coating film and improved in water-absorptivity, containing dry-treated starch.

CONSTITUTION: The objective composition formulated with 10-50wt.% of dry-treated starch prepared by drying, e.g. through heating, starch such as of corn, rice, potatoes or wheat to ≥ 5 wt.% in moisture content. The present composition can further be incorporated, where appropriate, with pigment such as mica, sericite or titanium dioxide, colorant, preservative, bactericide and/or perfume. Although conventional starch contains ca.10-15wt.% of water, the above dry treated starch has very little moisture content, providing body powder with high water-absorptivity even with only a small amount of its formulation in the body powder, thus suppressing to the minimum the stickiness unique to starch in sweating.

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-1118

⑬ Int. Cl.⁹

A 61 K 7/00
7/02

識別記号

T

庁内整理番号

9051-4C
9051-4C

⑭ 公開 平成4年(1992)1月6日

審査請求 未請求 請求項の数 8 (全11頁)

⑮ 発明の名称 化粧品

⑯ 特 願 平2-3146

⑰ 出 願 平2(1990)1月10日

⑱ 発 明 者 田 中 俊 宏 神奈川県横浜市港北区大豆戸町129-B-210

⑲ 発 明 者 熊 谷 重 則 東京都町田市金井町1695-5

⑳ 発 明 者 高 原 一 郎 大阪府八尾市湊川町2丁目1番3号 松本油脂製薬株式会社内

㉑ 出 願 人 松本油脂製薬株式会社 大阪府八尾市湊川町2丁目1番3号

㉒ 出 願 人 株式会社資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番5号

㉓ 代 理 人 弁理士 青山 葆 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

化粧品

2. 特許請求の範囲

(1) 水および/または保湿成分を内包し、該水および/または保湿成分に不溶の、無機微粉末を含む樹脂をシェルとする圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを含有することを特徴とする化粧品。

(2) 保湿成分が多価アルコール類、糖または糖アルコール類、糖誘導体、アミノ酸類、水溶性ビタミン類、ポリペプチド類、および有機酸塩類から選ばれる一種または二種以上である請求項(1)の記載の化粧品。

(3) 無機粉末がカオリンクレー、焼成クレー、タルク、マイカ、セリサイト、ベントナイト、有機炭性ベントナイト、ホワイトカーボン、超微粒子無水シリカ、超微粒子無水酸化アルミ、酸化チタン、無機超微炭酸カルシウム、ドロマイト粉末、沈降性硫酸カルシウム、沈降性硫酸バリウムから選ばれる一種または二種以上である請求項(1)記

載の化粧品。

(4) 樹脂成分が α 、 β -エチレン系不飽和結合を有するモノマーを主成分とするモノマーを重合して得られる、水および/または保湿成分に不溶性のホモポリマーまたはコポリマーである請求項(1)記載の化粧品。

(5) 圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルが、水および/または保湿成分を無機微粉末の存在下に前記水または保湿成分に溶解しない媒体中に乳化せしめ、該乳化系中でモノマー成分を重合させた後、濾過乾燥して得られたものである請求項(1)記載の化粧品。

(6) 媒体が脂肪族炭化水素、芳香族炭化水素、脂芳香族炭化水素、含ハロゲン炭化水素およびシリコン油から選ばれる一種または二種以上である請求項(5)記載の化粧品。

(7) 重合を40~90℃の温度で行なう請求項(5)記載の化粧品。

(8) マーキャップ化粧品であるところの請求項(1)記載の化粧品。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、安定で且つ新規な使用感触を有する化粧 に関する。さらに詳しくは、水および／または保湿成分を内包し、該水および／または保湿成分に不溶の、無機微粉末を含む樹脂をシェル(カプセル膜)とする圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを配合することで、これらの成分を安定に配合し、モイスター効果、肌へなじみ、化粧持ちに優れた、さらには従来になく新規な使用感触を可能とした化粧料に関する。

[従来の技術]

最近、皮膚科学的な研究が進み、化粧料に対する、肌のモイスターバランスについての消費者意識も高まりつつある。肌にとって水、NMF、皮膚のバランスが重要なように化粧料においても水、保湿成分、油分のバランスはその基剤を検討していく上で重要であり、メーキャップ製品についても水および／または保湿成分を配合すべく検討が行われてきた。

に添加することが検討されたきたが、同様の理由により水や保湿成分の揮発を防止した安定性のよい基剤を得にくい上に、密閉性の高い容器を開発するなどの制約が多く、製品化が困難なのが現状である。このため、従来よりパウダー製品では油分を増やし、肌にしっとりとした感触を付与すべく基剤検討されてきたが、油分のエモリエント効果には限界があり、決して満足の行くものではなかった。

一方、乳化タイプの化粧料は、水や保湿成分が配合できトリートメント性をうたった製品が多く市場に出されているが、水や保湿成分の配合量を多くすると、ざっぱりとした使用感触が失われ塗布後の感触がべたつく、という使用性上の問題や、安定性が悪化し分離するといった問題があり、その配合量には自ずと限界があった。また、乳化タイプ製品の場合、選択しうる中粒状態が流動性のある乳液状または流動性の少ないクリーム状のもので、いずれも容器形態が制約され、携帯性に劣るものに限定されてしまうといった欠点を有して

[発明が解決しようとする課題]

しかしながら、水や保湿成分を安定に化粧料、にメーキャップ化粧料に配合するには多くの問題が表れていた。

例えば、油性タイプの製品やパウダータイプの製品に水や保湿成分を直接配合することも行なわれているが、例えば油性タイプの製品では水や保湿成分と油分との親和性が悪く、経時で分離したり、発汗現象を生じたりし、安定性の悪いものであり、さらに製造工程においてはレーキベースの粘度が著しく増大し、充填成型性が悪化するといった欠点を有していた。このため一部の口紅製品などで近年水を配合したものが検討され、市場に出されているが、上記の理由により安定性の良好なものが得にくく、水を配合してあってもその量は少なく、使用感触で従来の固型油性タイプ製品との差は小さかった。

また、パウダー製品においては、特に乾性肌、乾性混合型肌の消費者からしっとりとした使用感触が要望されており、水や保湿成分を単に処方系

いた。

本発明者らは、前記従来技術に鑑み鋭意研究した結果、化粧料、特にメーキャップ化粧料に水および／または保湿成分を内包し、該水および／または保湿成分に不溶の、無機微粉末を含む樹脂をシェル(カプセル膜)とする圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを配合することにより、この課題を解決しうることを見出し、本発明を完成するに至った。

[課題を解決するための手段]

すなわち本発明は、水および／または保湿成分を内包してなる圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを配合することで、これらの成分を安定且つ多量に配合し、さらに化粧動作で崩壊したカプセルから内包物が放出することで、油分によるしっとりざとは異質のしっとりとした感触を得ることができる、肌保湿性およびトリートメント性に優れた新規な使用感触の化粧料に関する。

以下、本発明の構成について詳述する。

本発明の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルとは、化粧動作(肌塗布)中に指やスポンジなどの圧力に

よってカプセル膜が破壊され、内包された水および/または保固成分が放出されるよう設計されている樹脂カプセルを言う。

本発明に適用される圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルは、耐圧(破壊)強度が $1 \sim 50 \text{ kg/cm}^2$ の範囲のものである。 50 kg/cm^2 を超える耐圧強度のものは化粧動作の際にカプセルが破壊せず、好ましくない。また耐圧強度が 1 kg/cm^2 未満では化粧料に配合する際の製造工程において混合攪拌機や衝撃力によって破壊されてしまい不適当である。

圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルに内包される水および/または保固成分の内包量は、無機微粉末を含むカプセル全重量に対して、 $10 \sim 95$ 重量パーセント(以下、%と言う)であり、好ましくは $50 \sim 95\%$ である。内包量が 10% 未満では内包物の効果が出にくく、逆に内包量が 95% を超えると、カプセルのシェル(カプセル膜)の強度が低下し、経時での内包物の揮発や流失の原因になる。

本発明に適用される圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルは一般に球状で、その粒子径はおおよそ $1 \sim 1$

$00 \mu\text{m}$ が好ましい。粒子径が $1 \mu\text{m}$ より小さいと、化粧動作中にカプセルが崩壊しにくく、目的とする内包物の放出がない。一方、 $100 \mu\text{m}$ を超えると、肌へのざらざらとした異和感を生じ、好ましくない。

圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルのカプセル膜の樹脂組成は、内包される水および/または(内包物)に対し不溶性であり、且つ充分な非透過性を有するものでなければならない。従って、ここで用いられるシェルの樹脂素材は、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステル、エチレングリコールジメタクリレート、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、イタコン酸エステル、エタクリル酸エステル、クロトン酸エステル、マレイン酸エステル等の α, β -エチレン系不飽和結合を有するモノマーや、酢酸ビニル、塩化ビニル、塩化ビニリデン、スチレン、ジビニルベンゼン等のビニルモノマー等から選択される一種または二種以上のホモポリマーあるいはコポリマーである。但し、前記の条件を充足するならば、必ずしもこれらの素材

に限定されるものではない。また共重合などに加え、一部、水溶性のモノマー類、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、クロトン酸等またはその塩類を併用してもよい。但し、その量は、形成されるシェルが内包物に不溶性となる範囲である。

次に、本発明の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルに内包される成分は、水および保固成分である。保固成分としては、エタノール、プロパノール等のアルコール類、エチレングリコール、プロピレングリコール、 $1,3$ -ブチレングリコール、ポリエチレングリコール、グリセリン等の多価アルコール類、グルコース、ガラクトース、フラクトース、マルトース、ソルビトール、マンニトール等の糖類または糖アルコール類、ポリオキシエチレンメチルグルコシド類の糖誘導体、デキストリン、ヒアルロン酸、パイオヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ヘパリン、アルギン酸、キチン、キトサン、カルボキシメチルセルロース、キサンタンガム、カラギーナ等の多糖類、また多糖類の塩類、

グリシン、グルタミン酸、アルギニン、PCAナトリウム等のアミノ酸類、コラーゲン等のポリペプチド類、クエン酸ナトリウム、乳酸ナトリウム等の有機酸塩類、ビタミンB₁、ビタミンB₂、ビタミンC、パントテン酸のビタミン類等が挙げられる。但し、水またはアルコールまたは多価アルコールに可溶で本発明の目的である肌保湿度性を発揮できる成分であれば良く、これらに限定されるものではない。

本発明の無機微粉末は、主として内包物質とシェル形成樹脂成分の界面に樹脂に含有される形で存在し、内包物の揮発、もれなどを抑制し、またシェル強度の補強に寄与している。無機微粉末としては、カオリンクレー、珪酸クレー、マイカ、セリサイト、タルク、ベントナイト、有機炭性ベントナイト、ホワイトカーボン、超微粒子状無水シリカ、超微粒子状無水アルミ、超微粒子状酸化チタン、酸化チタン、無機炭酸カルシウム、ドロマイト粉末および沈降性硫酸バリウム等が例示されるが、有機炭性ベントナイトが好ましい。

無機微粉末の粒子径は、得ようとする圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルの大きさにより、適宜選定するが、通常カプセルの大きさの $1/2$ 以下、より好ましくは $0.01\mu\text{m}\sim 2\mu\text{m}$ 程度のものであり、特に $0.01\mu\text{m}\sim 0.2\mu\text{m}$ 程度のものが好ましい。無機微粉末の大きさがカプセルの粒子径の $1/2$ より大きいと製造工程中で生成粒子が凝集し単一化が困難となる。

一方、 $0.01\mu\text{m}$ 未満では無機粉末自体の凝集性が大きく、均一にシェルの含有させることができない。

無機微粒子の配合量は、その粒子径や圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルの粒子径にもよるが、通常は生成する圧縮崩壊性軟質樹脂カプセル全量に対し、 $0.5\sim 10\%$ 程度が好ましく、特に $1\sim 7\%$ 程度において好結果が得られる。

本発明の化粧料は前述の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルの他に、通常化粧料に用いられる他の成分を必要に応じて適宜配合することができる。

例えばタルク、カオリン、セリサイト、白雲母、

成雲母、金雲母、紅雲母、黒雲母、リチア雲母、パーミキュライト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、珪ソウ土、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、硫酸バリウム、ケイ酸ストロンチウム、タングステン酸金属塩、シリカ、ヒドロキシアパタイト、ゼオライト、窒化ホウ素、セラミックスパウダー等の無機粉末、ナイロンパウダー、ポリエチレンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、四弗化エチレンパウダー、ジステレンベンゼンピンホールポリマーパウダー、微結晶セルロース等の有機粉体、酸化チタン、酸化亜鉛等の無機白色顔料、酸化鉄(ベンガラ)、チタン酸鉄等の無機赤色顔料、 γ -酸化鉄等の無機褐色系顔料、黄酸化鉄、黄土等の無機黄色系顔料、黒酸化鉄、カーボンブラック等の無機黒色系顔料、マンゴバイオレット、コバルトバイオレット等の無機紫色顔料、酸化クロム、水酸化クロム、チタン酸コバルト等の無機緑色系顔料、群青、紺青等の無機青色系顔料、酸化チタンコーテッドオキシ塩化ビスマス、オキシ塩化ビ

スマス、酸化チタンコーテッドタルク、魚鱗粉、着色酸化チタンコーテッド雲母等のパール顔料、ベントン等の粘土鉱物、アルミニウムパウダー、銅パウダー等の金属粉末顔料、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色228号、赤色405号、橙色203号、橙色204号、黄色205号、黄色401号および青色404号等の有機顔料、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色227号、赤色230号、赤色401号、赤色505号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、緑色3号および青色1号のジルコニウム、バリウムまたはアルミニウムレーキ等の有機顔料、クロロフィル、 β -カロテン等の天然色素、スクワラン、院動パラフィン、ワセリン、マイクロクリスタリンワックス、オゾケライト、セレシン、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、イソステアリン酸、セチルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、2-エチルヘキ

サン酸セチル、パルミチン酸-2-エチルヘキシル、ミリスチン酸-2-オクタリドデシル、ジ-2-エチルヘキサン酸ネオペンチルグリコール、トリ-2-エチルヘキサン酸グリセロール、オレイン酸-2-オクタリドデシル、ミリスチン酸イソプロピル、トリイソステアリン酸グリセロール、トリヤシ油脂肪酸グリセロール、オリーブ油、アボガド油、ミツロウ、ミリスチン酸ミリスチル、ミンク油、ラノリン等の各種炭化水素、シリコーン油、高級脂肪酸、油酸類、エステル類、高級アルコール、ロウ類等の油性成分、アルキッド樹脂、尿素樹脂等の樹脂、カンファ、クエン酸、アセチルトリブチル等の可塑剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、防腐剤、界面活性剤、保湿剤、香料、増粘剤等が挙げられる。

これらの中で粉末は、配合する化粧料の目的に応じ、適宜疎水化処理してもかまわない。ここで言う疎水化処理の方法は、メチルヒドロジェンポリシロキサン、高粘度シリコーンオイル、シリコーン樹脂等のシリコーン化合物による処理、ア

ニオン活性剤、カチオン活性剤の界面活性剤による処理、ナイロン、ポリノチルメタクリレート、ポリエチレン、テフロン、ポリアミノ酸等の高分子化合物による処理、金属石鹸、親油性ワックス、多価アルコール部分エステルまたは完全エステル等による処理等がある。但し一般に粉末の疎水化処理に適用できる方法であれば良く、これらの方法に限定されるものではない。

本発明の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルは、水および/または保固物質を、これと混和しない媒体中に乳化し、これら内包される成分および媒体いずれにも不溶性の無機微粉末の存在下、上記乳化液中でシェル形成用モノマー成分を界面重合またはインサイチュ重合させることにより得られる。

水または水不溶性物質と媒体との乳化は強攪拌または超音波等の作用によって行なってもよいが、通常は界面活性剤を用い、これに機械的乳化を併用することにより目的の粒子径のマイクロカプセルを得る。好適な界面活性剤は高級脂肪酸ソルビタンエステル類、高級脂肪酸グリセリンエステル

類、高級脂肪酸ペンタエリスリトールエステル類、高級脂肪酸ポリグリセリンエステル類、高級脂肪酸シュガーエステル類、高級脂肪酸ポリアルキレングリコールエステル類、ポリオキシアルキレンソルビタン高級脂肪酸エステル類、ポリオキシアルキレングリセリン高級脂肪酸エステル類、ポリアルキレングリコール脂肪酸エステル類、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル類、ポリオキシアルキレンアルキルフェニルエーテル類等が例示される。これらは混合して用いてもよく、あるいは更に別の界面活性剤、例えばアルキルアールスルホネート類、アルキルホスフェート類等のアニオン界面活性剤と配合して用いてもよい。好ましい界面活性剤は、ソルビタン脂肪酸エステル類、例えばソルビタンモノラウレート、ソルビタンモノオレエート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタントリラウレート等、モノグリセリド類、例えばグリセリンモノステアレート等、ポリグリセリド類、例えばポリグリセリンモノラウレート等、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル

類、例えばポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレエート等、ポリアルキレングリコール脂肪酸エステル類、例えばPEG(200)オレエート、PEG(400)ステアレート等のごときポリオール類の高級脂肪酸エステルを用いた時に特に好結果が得られる。

これらの界面活性剤は、マイクロカプセル化すべき水および/または水溶性物質の種類および媒体の種類、さらには目的とする圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルの粒子径、モノマーの種類等により適宜選択する。

界面活性剤の使用量は、生成したマイクロカプセル(内包物+モノマー)の0.5~5重量%が好ましい。

マイクロカプセル化に際して用いられる溶剤は水および/または保固成分を溶解せず、モノマーの重合により形成されたシェルを溶解しないものであればよい。好ましい溶剤の例は、脂肪酸炭化

水素、例えばペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、イソオクタン、デカン、石油エーテル等、ハロゲン化炭化水素、例えば四塩化炭素、塩化メチレン、パークレン、1,1,2-トリクロロエタン等、その他の石油留分等、その他、シリコンオイル、流動パラフィン、エステル類、エーテル類、ケトン類等である。

これらの溶剤は単独でも混合しても用いられる。例えば直鎖脂肪酸炭化水素を多く含む溶剤は、安定なW/O乳化を作りがたいが、これに少量の分枝脂肪酸炭化水素や芳香族炭化水素系溶剤を配合することにより、エマルジョンを安定化し、あるいはエマルジョン粒子の大きさをコントロールすることを可能とする。また、芳香族炭化水素系溶剤はケトン、エステル、エーテル系溶剤は少量の安定なエマルジョンを形成しやすいが、シェルに対する溶解性を示す傾向がある。したがって使用するモノマーの種類、水および/または保固成分の種類に対応して、媒体に用いる溶剤を選定することは、乳化剤の選定と共に重要である。一般

に(メタ)アクリルエステルまたはニトリル系ポリマーをシェル形成成分とし、ポリオール類を内包するマイクロカプセルを得るには、乳化剤として前述のソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、脂肪酸モノグリセリド等、溶媒として脂肪酸低級炭化水素(n-ヘキサン、石油エーテル、ヘプタン、オクタン、リグロイン等)等を用いるのが好ましい。

溶媒の使用量は、内包すべき水および/または水溶性物質100重量部に対して好ましくは100~1000重量部、さらに好ましくは200~500重量部である。

モノマー類の重合は、アゾビス系重合開始剤、例えば、2,2'-アゾビス(4-メトキシ-2,4-ジメチルバレロニトリル)、2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)、1,1'-アゾビス(1-シクロヘキサンカルボニトリル)、アゾビスイソプロピロニトリル等、過酸化合物系重合開始剤、例えばジイソプロピルパーオキシジカーボネ

イト、ベンゾイルパーオキサイド等が例示される。

重合開始剤の使用量は使用するモノマー類100重量部0.1~5重量部、より好ましくは0.2~2重量部である。

重合温度は触媒の種類によっても異なるが、通常40~90℃であり、特に2,2'-アゾビス(4-メトキシ-2,4-ジメチルバレロニトリル)やジイソプロピルパーオキシジカーボネイト等では40~50℃、前述のその他の触媒では70~90℃程度が適当である。

本発明では、上記モノマー類を重合させるに際し、前述のごとき無機微粉末を存在させる。これらの無機微粉末は、モノマー成分の重合によって形成されたマイクロカプセルの凝集固化防止に対し極めて有効であり、これによって従来得ることの極めて困難または不可能であった水および/または保固成分のマイクロカプセルを得ることが可能となった。

本発明の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを得るには、種々の方法を採用しうる。例えば、予め、水

および/または保固成分と媒体とを無機微粉末の存在下に乳化し、これにモノマーおよび重合開始剤を添加しながら攪拌下重合させる方法；予め、水および/または保固成分、重合開始剤、媒体を無機微粉末の存在下一体に乳化分散し、これにモノマー類を添加しながら重合を行なう方法；水および/または保固成分、モノマー類、重合開始剤、媒体を無機微粉末の存在下一体に乳化分散し、この混合液を加熱重合する方法等が例示される。

重合時の攪拌速度は好ましくは50~400rpm、さらに好ましくは100~200rpmである。

次に、製造例および実施例を挙げて本発明をさらに詳しく説明するが、本発明はこれらの製造例および実施例に限定されるものではない。配合量はすべて重量%である。

【製造例1】

ポリエチレングリコール200含有圧縮崩壊性軟質樹脂カプセル

ポリエチレングリコール200(PEG200) 100g、メタクリル酸メチル10.0gおよびアゾ

ビスイソバレロニトリル0.5gを均一に混合した(モノマー・内包物溶液)。n-ヘキサン300g中にPOEソルビタンモノラウレート1g、グリセロールモノステアレート0.5gおよび超微粒子状無水酸化アルミ5gを均一に混合溶解した中にモノマー・内包物溶液を投入し、5000rpmで2分間攪拌した。粒子径は10~20μmとなった。続いて、4つロフラスコに移し、N₂で置換した。置換しながら6時間反応した。

生成物を濾過乾燥し、白色のパウダーを得た。内包率75%の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルであった。

【比較例1】

ポリエチレングリコール200(PEG200) 100g、メタクリル酸メチル10.0gおよびアゾビスイソバレロニトリル0.5gを均一に混合した(モノマー・内包物溶液)。n-ヘキサン300g中にPOEソルビタンモノラウレート1g、およびグリセロールモノステアレート0.5gを均一に混合溶解した中にモノマー・内包物溶液を投入し、

5000rpmで2分間攪拌した。粒子径は10〜20 μ mとなった。続いて、4つロフラスコに移し、N₂で置換した。還流しながら6時間反応した。

製造例1および比較例1のマイクロカプセルについて、各種得薬中での内包物の保存性(貯蔵中未保持性)について調べた。

表-1

油分 37℃	99℃油	流動 177℃	112℃酸 177℃	119℃酸 177℃
製造例1	○	○	○	○
比較例1	△	×	×	×

80℃、24時間放置後の評価

○: 異常なし

△: わずかに内包物の放出が見られる。

×: 内包物が多く放出されている。

本発明の製造例1の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルは、内包物保持性能に優れており、非常に安定なものであった。これに対し、比較例1のマイクロカプセルは、内包物保持性能において表-1に

1,3-ブチレングリコール160g、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート1g、オルガナイト1g(登録商標、有機ペントナイト)を均一に混合した。ソルビタンモノオレート1g、メタクリル酸メチル40g、AIBN0.2gをイソオクタン500ml中に溶解させ、ホモジナイザーにて10000回転で10分間攪拌した。5〜10 μ mの乳化粒子径とした後、65〜75℃で20時間反応させた。濾過、乾燥させたところ白色の、1,3-ブチレングリコール内包圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルが得られた。内包率70%、平均粒子径8.5 μ mであった。

[製造例4]

水内包圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルの製造:

イソオクタン500gにオルベン(白石カルシウム社製、有機ペントナイト)5g、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート0.5g、およびソルビタントリオレート1gを均一に溶解、分散させた。次に、水120gをホモジナイザーを用い3000回転で5分間攪拌した。粒子径10 μ m

示したように著しく劣るものであった。

[製造例2]

グリセリン内包圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルの

製造:

グリセリン120g、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート1gを均一に溶解させた。ベントン27(CIケミカル 有機ペントナイト)5g、ソルビタンモノオレート1g、メタクリル酸メチル80g、AIBN0.4gをエクソナフサNo.3(エクソン、脂肪族炭化水素)300ml中に溶解分散させた。両者をホモジナイザー8000回転で10分間攪拌し、グリセリンを乳化粒子径として、10 μ mまで分散させた。温度65〜75℃で20時間反応させた。

生成物を濾過、乾燥させると白色のグリセリン内包圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルが得られた。内包率60%、平均粒子径20 μ mであった。

[製造例3]

1,3-ブチレングリコール内包圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルの製造:

1,3-ブチレングリコール160g、ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート1g、オルガナイト1g(登録商標、有機ペントナイト)を均一に混合した。ソルビタンモノオレート1g、メタクリル酸メチル40g、AIBN0.2gをイソオクタン500ml中に溶解させ、ホモジナイザーにて10000回転で10分間攪拌した。5〜10 μ mの乳化粒子径とした後、65〜75℃で20時間反応させた。濾過、乾燥させたところ白色の、1,3-ブチレングリコール内包圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルが得られた。内包率70%、平均粒子径8.5 μ mであった。

更に、20時間70℃で反応し、冷却した。生成物を濾過し、乾燥させると、真球状に近い水内包圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルが得られた。圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを120℃で2時間乾燥させた後、残分を測定したところマイクロカプセルの40%が残存していた。

平均粒子径25 μ m、内包率60%であった。

次に、実施例を挙げて本発明をさらに詳しく説明する。なお、化原料の性能は、次の表に上げた項目について、専門パネル15名による5段階評価で確認した。

(以下、余白)

表-2

	とれつき	のび	密着感	しっとり感	清涼感	化粧持ち
1	悪い	悪い	ない	ない	ない	悪い
2	やや悪い	やや悪い	ややない	ややない	ややない	やや悪い
3	普通	普通	普通	普通	普通	普通
4	やや良い	やや良い	ややある	ややある	ややある	やや良い
5	良い	良い	ある	ある	ある	良い

評価結果は、15名の平均値に基づいて、次の記号により示した。

◎……4.5以上5.0まで

○……3.5以上4.5未満

△……2.5以上3.5未満

×……1.5以上2.5未満

xx……1.0以上1.5未満

〔実施例1、比較例2〕

以下の各成分からドライ使用、ウェット使用どちらにも使用できる両用タイプパウダーファンデーションを調製した。

(製造方法)

成分1～5をヘンシェルミキサーで混合し、この混合物に対して9～14を加熱混合したものを添加し混合する。このものを粉碎し、この後、6～8を添加してブレンダーで良く混合し篩処理を行ってから加圧成型して、両用タイプパウダーファンデーションを調製した。

本発明のポリエチレングリコール200を含有した圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを配合してなる両用タイプパウダーファンデーション(実施例1)は、さらさらとした感触で肌になめらかにのびるが、塗布する際の化粧動作により圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルが崩壊し内包物が放出されて、自分のそれとは明らかに異なるしっとりとした感触が持続しトリートメント効果を感じさせる新規な使用感触であった。さらに水使用の場合、同様に塗布により内包物のPEG200が放出され、その保湿効果により清涼感の持続性に優れるものであった。

これに対し、比較例1のマイクロカプセルを配

表-3

	実施例1	比較例2
1.疎水化処理マイカ	～100	～100
2.疎水化処理タルク	15	15
3.疎水化処理二酸化チタン	20	20
4.疎水化処理酸化鉄顔料(赤、黄、黒)	2	2
5.亜鉛華	3	3
6.製造例1(PEG200内包マイクロカプセル)	10	—
7.比較例1(PEG200内包マイクロカプセル)	—	10
8.ジメチルポリシロキサン	6	6
9.流動パラフィン	4	4
10.リンゴ酸ジイソステアリル	2	2
11.ソルビタントリオレート	1.5	1.5
12.ポリオキシエチレンソルビタンモノステアレート	—	—
13.防腐剤、香料、紫外線吸収剤	適量	適量
使用性の評価	取 れ	◎
	の び	◎
	密 着 感	○
	しっとり感	◎
	清涼感(水使用時)	◎
経時での安定性評価	化粧持ち	○
	経時での安定性評価	◎

合した両用ファンデーション(比較例2)は、のびの感触が重く、しっとりとした感触についてもすでに内包物が一部放出されているためか、実施例1と比較し小さなものであった。

さらに、比較例2のファンデーションは、コンパクト容器携帯で保存すると、内包物が放出、揮散し瓶が経時でくもり、また空気中の水分を吸着してコンパクト表面が盛り上がったたり、さらに同様の原因により鏡面の曇りをまねき経時で変色を起こすなど、安定性の非常に悪いものであった。これに対し、本発明の実施例1のファンデーションは、経時での内包物の放出がなく安定性に非常に優れるものであった。

〔実施例2、比較例3〕

以下の各成分からドライ使用専用のパウダーファンデーションを調製した。

(以下、空白)

表-4

		実施例2	比較例3
1.セリサイト		~100	~100
2.金属石鹸処理タルク		20	20
3.二酸化チタン		15	15
4.酸化鉄顔料(赤、黄、黒)		3	3
5.炭酸カルシウム		5	5
6.製造例2の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセル		10	-
7.ジメチルポリシロキサン		5	5
8.流動パラフィン		5	5
9.ジ-2-エチルヘキサン酸ジグリセロール		2	2
10.ソルビタンモノオレート		1.8	1.8
11.グリセリン		-	6
12.防腐剤、香料、紫外線吸収剤		適量	適量
使用性	取 れ	◎	×
	の び	○	△
評価	密 着 感	◎	△
	しっとり感	◎	○
	化粧持ち	○	△
経時での安定性評価		◎	×

比較例2は、経時での揮発や吸湿による中味の質が顕著に認められ、安定性面で非常に悪いものであった。

[実施例3、比較例4]

以下の成分から油性スチック型ファンデーションを調製した。

(以下、余白)

(製造方法)

成分1〜5をヘンシェルミキサーで混合し、この混合物に対して成分7〜12を加熱混合したものを添加混合する。このものをバルベライザーで粉碎し、この後、6を添加してブレンダーで良く混合し粉処理後、中圧に加圧成型して、パウダーファンデーションを調製した。

このようにして得られた本発明のグリセリンを内包した圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを配合したパウダーファンデーションは、取れが良く、のびの感触がなめらかであるにもかかわらず、密着する際の化粧動作で圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルが崩壊してグリセリンが放出され、密着感としっとりとした肌感触に優れ、肌を乾燥から防ぐ効果の大きい、新規な使用感触であった。

これに対し、本発明の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを使用せず、グリセリンを直接混合添加した比較例3は、取れが著しく悪くケーキングを誘発した。また、のびの感触が重く使用性の総合評価で明らかに実施例2に劣るものであった。さらに、

表-5

		実施例3	比較例4
1.カオリン		~100	~100
2.タルク		5	5
3.二酸化チタン		15	15
4.酸化鉄顔料(赤、黄、黒)		4	4
5.亜鉛華		2	2
6.製造例2の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセル		8	-
7.パルミチン酸イソプロピル		15	15
8.流動パラフィン		25	20.2
9.ラノリンアルコールジグリセロール		1.5	1.5
10.マイクロクリスタリンワックス		2	2
11.セレシン		5	5
12.カルナバロウ		2	2
13.ソルビタンモノオレート		1.2	1.2
14.グリセリン		-	4.8
15.防腐剤、香料、紫外線吸収剤		適量	適量
使用性	取 れ	◎	×
	の び	○	△
評価	密 着 感	◎	△
	しっとり感	◎	△
	化粧持ち	○	△
経時での安定性評価		◎	×

(製造方法)

成分1～5をヘンシェルミキサーで混合する。これとは別に成分7～14を混合し、80℃で加熱溶解する。溶解後、これに成分1～5の混合液を加し、ローラー処理する。この後、再度加熱溶解し成分6を加して、プロペラ攪拌機でゆるやかに分散混合する。脱泡後、成分15を加し、型に押し込み冷却して成型する。このようにして得られた本発明の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを配合したスチック型油性ファンデーションは、のび、つきが良く、肌へ塗布する際の化粧動作で圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルが崩壊してグリセリンが放出され、油分のべとつき感が抑えられ、且つしっとりとした使用感が持続する新穎な使用感であった。これに対し、比較例4は、つき、のびが悪く、さらに経時で発汗現象が著しく、安定性の非常に悪いものであった。

[実施例4、比較例5]

以下の成分から、O/W型乳化ファンデーションを調製した。

(製造方法)

1～5をブレンダーで良く混合し粉砕する(粉末部)。これとは別に13を70℃に加熱したのち、15を加し良く溶解させる。これに、14、16～19を加し混合溶解する(水相)。7～12を混合し、70～80℃で加熱溶解する(油相)。粉末部を水相に添加しホモミキサーで攪拌混合する。75℃に加熱したのち80℃に温度調整した油相を攪拌しながら添加し、ホモミキサーで乳化する。乳化後、8を加しゆるやかに分散混合する。この後、攪拌冷却し45℃で20を加し、室温になるまで冷却する。

このようにして得られた本発明の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルを配合したる乳化ファンデーションは、のびが軽くさらっとした使用感にもかかわらず、塗布時の化粧動作で圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルが崩壊し、1,3-ブチレングリコールが放出されてしっとりとした肌感触に移行する従来の使用感であった。これに対し、比較例5は、のびの感触が重く、べとつきが感じられ、化

表-6

	実施例4	比較例5
1.カオリン	5	5
2.タルク	3	8
3.二酸化チタン	8	8
4.酸化鉄顔料(赤、黄、黒)	4	4
5.亜鉛華	2	2
6.製造例3の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセル	5	-
7.ステアリン酸	2	2
8.モノステアリン酸グリセリン	2.7	2.7
9.セトステアリアルアルコール	0.5	0.5
10.ミリスチン酸イソプロピル	9	9
11.スクワラン	3	3
12.液状パラフィン	2	2
13.精製水	～100	～100
14.カルボキシメチルセルロースナトリウム	0.2	0.2
15.ケルトロール	0.5	0.5
16.1,3-ブチレングリコール	-	3.5
17.トリエタノールアミン	1.0	1.0
18.ヘキサメタリン酸ナトリウム	0.1	0.1
19.防腐剤	適量	適量
20.香料	適量	適量
使用性	取 れ	◎
	の び	◎
	密 着 感	◎
	しっとり感	◎
評価	化粧持ち	◎
	経時での安定性評価	◎

粧持ちも実施例4に比較し劣るものであった。

[実施例5]

以下の成分から固型状パウダーアイシャドーを調製した。

表-7

原 料 名	配合率 (%)
1.タルク	～100
2.加熱処理マイカ	20
3.酸化チタン	5
4.着色顔料	15
5.亜鉛華	3
6.製造例4の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセル	20
7.流動パラフィン	5
8.リンゴ酸ジイソステアリル	3
9.ジメチルポリシロキサン(20CS)	3
10.ソルビタンモノイソステアレート	1
11.酸化防止剤、香料	適量

(製造方法)

1~5をブレンダーで良く混合し、予め75~80℃にて加熱混合した7~11を添加し、再び混合する。このものを粉碎し、圧縮崩壊性軟質樹脂カプセル6を添加し、ブレンダーで良く混合して精処理を行ない加圧成型した。

このようにして得られた固型アイシャドーは、チップで塗布するときに、本発明の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルが崩壊して、内包物の精製水が放出され、みずみずしく、且つウェット使用することなく清涼感を得ることができる全く新規な使用感のアイシャドーであった。

また、50℃で長期安定性確認の結果、カプセル内の水分の揮散は、経時1カ月で圧縮崩壊性軟質樹脂カプセル全量に対し、1%以下であり、安定性に優れるものであった。

[発明の効果]

本発明の水および/または保湿成分を内包し、該水または保湿成分に不溶の、無機微粉末を含む樹脂をシェルとする圧縮崩壊性軟質樹脂カプセル

を配合した化粧料は、これらの成分を安定且つ多量に配合でき、さらに化粧動作で崩壊したカプセルから内包物が放出されることで、油分によるしっとりさとは異質のしっとりとした感触を得ることができる、肌保湿性およびトリートメント性に優れた新規な使用感の化粧料である。本発明によれば、水および/または保湿成分を圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルに内包し配合するため、従来のように化粧料に含まれる油分との親和性から経時で分離したり、発汗現象を起こすこともなく、安定性に優れたものである。また、本発明の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルは充分な気密性を有するため、内包物が経時で揮発、あるいは流出することもなく、パウダー製品等に配合しても従来のように気密容器を必要としない。さらに乳化製品等に配合した場合、とくに保湿成分を粉末状の圧縮崩壊性軟質樹脂カプセルで配合することができ、多量配合しても従来のようなべたつき感がなく、さっぱりした使用感の化粧料を得ることができる。